(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



(43) 国際公開日 2002 年2 月7 日 (07.02.2002)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 02/10281 A1

(51) 国際特許分類7:

2丁目2-21 Hyogo (JP). 花王株式会社 (KAO CORPO-RATION) [JP/JP]; 〒103-8210 東京都中央区日本橋茅

場町1丁目14番10号 Tokyo (JP).

(21) 国際出願番号:

PCT/JP01/06574

C08L 71/02, H01F 1/28

. _

(22) 国際出願日:

2001年7月31日(31.07.2001)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ: 特願2000-231263

2000年7月31日(31.07.2000) J

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): バンドー 化学株式会社 (BANDO CHEMICAL INDUSTRIES LTD) [JP/JP]; 〒651-0086 兵庫県神戸市中央区磯上通 (72) 発明者; および

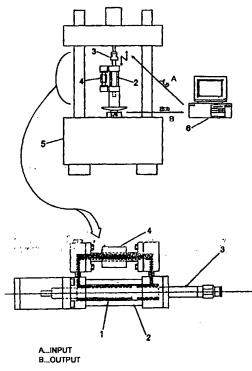
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 畑 克彦 (HATA, Katsuhiko) [JP/JP]. 氣賀 望 (KIGA, Nozomi) [JP/JP]; 〒652-0883 兵庫県神戸市兵庫区明和通3丁目 2-15 パンドー化学株式会社内 Hyogo (JP). 宮永清ー (MIYANAGA, Seiichi) [JP/JP]; 〒640-8580 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社 研究所内 Wakayama (JP).

(74) 代理人: 安富康男. 外(YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒 532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目4番20号 中央ビル Osaka (JP).

/続葉有/

(54) Title: STABLY DISPERSED MAGNETIC VISCOUS FLUID

(54) 発明の名称: 分散安定化磁気粘性流体



(57) Abstract: The invention aims at providing a stably dispersed magnetic viscous fluid, in which magnetic particles having a high specific gravity can be kept in a uniformly dispersed state over an extremely long period without aggregation, sedimentation or caking and which can permanently retains excellent dispersion stability and recovery properties of magnetic viscous characteristics. This magnetic viscous fluid comprises magnetic particles, a dispersion medium, and a dispersing agent consisting of a polyether comprising repeating units represented by the general formula (1): (1) wherein R¹ is hydrogen or C₁₋₂₂ hydrocarbyl; R² is hydrogen, optionally substituted C₁₋₂₂ hydrocarbyl, or (AO)_m-R³ (wherein R³ is optionally substituted C₁₋₂₂ hydrocarbyl; A is C₁₋₃ alkylene; and m is an integer of 1 to 50, mA's being the same or different from each other.

WO 02/10281

-(-cH-cH-o)- (I)

(81) 指定国 (国内): DE, JP, US.

- 補正書・説明書

添付公開書類: — 国際調査報告書 2文字コード及び他の略語については、定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

本発明の目的は、高比重である磁性粒子を極めて長期間にわたって凝集又は沈降・固結させることなく均一に分散せしめ、優れた分散安定性及び磁気粘性特性回復性を恒久的に維持することができる分散安定化磁気粘性流体を提供することである。

本発明は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルである分散安定化磁気粘性流体である。

$$\begin{array}{c|c}
-(-CH-CH-O) - (I) \\
R^1 & R^2
\end{array}$$

式中、 R^1 は水素原子又は炭素数 $1\sim 2$ 2 の炭化水素基を表し、 R^2 は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数 $1\sim 2$ 2 の炭化水素基、又は、- (AO) $m-R^3$ (R^3 は置換基を有していてもよい炭素数 $1\sim 2$ 2 の炭化水素基を表し、Aは炭素数 $1\sim 3$ のアルキレン基を表し、mは $1\sim 5$ 0 の整数を表し、m個のAは同一であっても異なっていてもよい)を表す。

PCT/JP01/06574

明細書

分散安定化磁気粘性流体

技術分野

WO 02/10281

5 本発明は、優れた分散安定性及び磁気粘性特性回復性を有し、これらの性能が 長時間持続する分散安定化磁気粘性流体に関する。

背景技術

磁気粘性流体、磁性流体、又は、磁気レオロジー材料と呼ばれる、磁場に感応してその流体特性が変化する液状組成物は公知である。例えば、AIEE Transactionsの「磁気流体の特性(1955年2月発行)」に記載されたJ.D.クーリッジ Jr.&R.W.ハルバーグ著の論文第55-170(p.149-152)に既に磁界に感応する磁性体含有液状組成物の記述が見られ、米国特許第2,661,596号では分散剤としてオレイン酸鉄等を含有する磁気粘性流体が開示され、その他、米国特許第3,006,656号、同第4,604,229号や、特開昭51-13995号公報、特開昭51-44579号公報等にもその技術が開示されている。これらはいずれも、含有される磁性粒子(平均粒径:数nm~十数μm)が外部から印加された磁場で配向して鎖状のクラスターを形成することにより、増粘又はゲル化し、著しくその流動特性や降20 伏応力が変化するものである。

これら磁気粘性流体又は磁性流体の産業上の利用分野としては、軸受け、シール材、センタリング装置、スピーカー、クラッチ、ブレーキ、ダンパー、緩衝器、エンジンマウント、昇降機能用部材や、建造物用制震装置等が提案されてきた。

しかるに、これらのうち、クラッチ、プレーキ、ダンパー、緩衝器、建造物用 25 制度装置といった、比較的大きな流体特性、降伏応力の変化を必要とする用途で は、未だ実用化されるには至っていない。

磁気粘性流体が上記のような特性を発現するためには、磁性粒子が分散媒中に 均一に分散していることが必要である。しかしながら、磁性粒子の真密度は分散 媒のそれに比較して非常に大きいので、磁気粘性流体に優れた分散安定性を付与 することは困難であった。一般に、磁気粘性流体の分散安定性を向上させるためには、分散媒の粘度を上げることが有効であるが、分散媒の粘度を過度に上げることは磁気粘性流体自体の粘度をも上げることにつながり、得られる磁気粘性流体の取り扱いが困難になるという問題点があった。

5

10

発明の要約

本発明は、上記現状に鑑み、高比重である磁性粒子を極めて長期間にわたって 凝集又は沈降・固結させることなく均一に分散せしめ、優れた分散安定性及び磁 気粘性特性回復性を恒久的に維持することができる分散安定化磁気粘性流体を提 供することを目的とするものである。

本発明は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、上記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位(以下、重合単位(1)ともいう)を有するポリエーテルである分散安定化磁気粘性流体である。

15

$$-(-CH-CH-O)$$
 (1)

20 式中、R¹ は水素原子又は炭素数 1~2 2の炭化水素基を表し、R² は水素原子、 置換基を有していてもよい炭素数 1~2 2の炭化水素基、又は、一(AO) m-R³ (R³ は置換基を有していてもよい炭素数 1~2 2の炭化水素基を表し、A は炭素数 1~2のアルキレシ基を表し、mは 1~5*9の整数を表し、m個のAは 同一であっても異なっていてもよい)を表す。本発明で用いられる分散媒として 25 は、炭化水素系油が好ましい。

図面の簡単な説明

図1は、実施例で用いた磁気粘性特性測定装置の模式図である。

図2は、磁気粘性特性の測定例を示す図である。

図中、1は、磁気粘性流体を表し、2は、シリンダーを表し、3は、ピストンを表し、4は、電磁石を表し、5は、油圧サーボ試験機を表し、6は、制御・計測用パソコンを表し、7は、振幅ー荷重ループを表し、8は、磁場0時の振幅ー荷重ループを表し、9は、磁場900ガウス時の振幅ー荷重ループを表す。

5

20

発明の詳細な開示

以下に本発明を詳述する。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有するものである。

10 上記磁性粒子としては磁性を有するものであれば特に限定されず、例えば、鉄、 室化鉄、炭化鉄、カルボニル鉄、二酸化クロム、低炭素鋼、ニッケル、コバルト ;アルミニウム含有鉄合金、ケイ素含有鉄合金、コバルト含有鉄合金、ニッケル 含有鉄合金、パナジウム含有鉄合金、モリプデン含有鉄合金、クロム含有鉄合金、 タングステン含有鉄合金、マンガン含有鉄合金、銅含有鉄合金等の鉄合金等から なる粒子を挙げることができる。なかでも、わずかな磁場でも大きな応力を発現 する点から、カルボニル鉄が好ましい。

これらの磁性粒子は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。上記磁性粒子の粒径は、 $0.01\sim100\mu$ mであるのが好ましい。粒径が 0.01μ m未満であると粘度が小さいために磁場印加時に粘度を大幅に上昇することはできず、 100μ mを超えると分散媒中で磁性粒子が沈降しやすくなるので、分散安定性に劣ることがある。より好ましくは $0.5\sim20\mu$ mである。

本発明に用いる磁性粒子は、その磁性特性及び分散安定性を著しく阻害されない限りにおいて、シランカップリング剤や絶縁対等でその表面をコーライングも で用いてもよい。

25 上記分散媒としては特に限定されないが、長期安定性の観点より低蒸気圧油が 好ましく、例えば、ホワイトオイル(流動パラフィン)、鉱油、スピンドル油、 高級アルキルベンゼン、高級アルキルナフタレン、ポリプテン、ポリαーオレフィン油等の炭化水素系油;アルキルジフェニルエーテル、ジアルキルテトラフェニルエーテル、アルキルトリフェニルエーテル等のフェニルエーテル類:ジオク

る。

チルフタレート、ジオクチルアゼレート、ジオクチルアジペート、ジオクチルセバケート、ジプチルフタレート、ジヘキシルマレエート等のジカルボン酸ジエステル;トリメチロールプロパントリーnーヘプチルエステル、ペンタエリスリトールテトラーnーへキシルエステル、ペンタエリスリトールテトラー2ーエチルヘキシルエステル等のポリオールとカルボン酸とのポリオールポリエステル;リン酸トリプチルエステル、リン酸トリー2ーエチルヘキシルエステル、リン酸トリー2ーエチルへキシルエステル、リン酸トリクレジルエステル、リン酸トリキシリルエステル、リン酸トリアリールエステル等のリン酸トリエステル;ジメチルシリコーンオイル、メチルハイドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルシリコーンオイル、スチルスチレン変性シリコーンオイル、アルコール変性シリコーンオイル、アルコール変性シリコーンオイル、なまイル、アミノ変性シリコーンオイル、ポリエーテル変性シリコーンオイル、塩素化シリコーンオイル、フッ素化シリコーンオイル等のシリコーンオイル等を挙げることができる。なかでも、炭化水素系油が好適に用いられる。

これらの分散媒は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。 本発明で用いる分散剤は、上記重合単位(1)を有するポリエーテルである。 上記一般式(1)中、R¹ は水素原子又は炭素数 1~22の炭化水素基を表すが、上記炭素数 1~22の炭化水素基の好適例としては、例えば、炭素数 1~18のアルキル基、炭素数 6~14のアリール基、炭素数 7~22のアリールアルキル基又はアルキルアリール基等を挙げることができる。より好ましくは、メチル基、エチル基、nープチル基、オクチル基、ドデシル基等を挙げることができ

上記一般式(1)中、R²は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1~

上記炭素数1~22の炭化水素基の好適例としては、例えば、炭素数1~18 のアルキル基、炭素数6~14のアリール基、炭素数7~22のアリールアルキル基又はアルキルアリール基等を挙げることができる。より好ましくは、メチル基、エチル基、n-プチル基、オクチル基、デシル基、セチル基等を挙げることができる。上記炭素数1~22の炭化水素基は置換基を有していてもよいが、上記置換基としては、例えば、塩素、臭素等のハロゲン原子;ヒドロキシル基、ア

ミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、炭素数1~18のアミド基、炭素数1~18のアシル基、メチルエステル基、エチルエステル基、カルボキシル基等を挙げることができる。

上記- (AO) $m-R^3$ において、 R^3 は置換基を有していてもよい炭素数 1 ~ 22 の炭化水素基を表し、Aは炭素数 $1\sim 3$ のアルキレン基を表し、mは $1\sim 50$ の整数を表し、m個のAは同一であっても異なっていてもよい。

上記R³の好適例としては、例えば、メチル基、エチル基、iープロピル基、 nープチル基、tープチル基、ヘキシル基、オクチル基、2ーエチルヘキシル基、 デシル基、セチル基、ステアリル基等のアルキル基;フェニル基、ナフチル基等 のアリール基;フェネチル基、ノニルフェニル基、プチルフェニル基等のアリー ルアルキル基やアルキルアリール基等を挙げることができる。なかでも、エチル 基、nープチル基、tープチル基、オクチル基、2ーエチルヘキシル基、デシル 基、セチル基、ステアリル基、フェニル基、フェネチル基等が好ましい。

上記R³ は置換基を有していてもよいが、上記置換基としては、上述のものと 15 同様のものを挙げることができる。

上記Aとしては、例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基等を挙げることができる。上記-(AO) $m-R^3$ 中、m個のAは同じであっても異なっていてもよい。

上記mは好ましくは1~20の整数を表し、より好ましくは1又は5~10の 20 整数を表す。

上記Aとmとの組み合わせとしては、Aがメチレン基であり、mが1であるのが好ましい。

複数の種類であってもよいが、その場合、ポリエーテル主鎖におけるそれらを有 25 する重合単位の配列様式は、プロック、交互、周期、統計(ランダムを含む)型 のいずれであってもよい。

本発明で用いるポリエーテルは、上記重合単位(1)の単一重合体であってもよいが、他の重合単位とのコポリマーであってもよい。この場合、重合単位(1)と、他の重合単位(複数種であってもよい)との配列様式は、プロック、交互、

25

周期、統計(ランダムを含む)、グラフト型のいずれであってもよい。

上記重合単位(1)を含む、交互、周期、統計(ランダムを含む)型コポリマ ーは、アニオン又はカチオン共重合によって得ることができる。好ましい他の重 合単位としては、上記重合単位(1)以外の置換エポキシド由来の重合単位、オ キセタン、(メタ)アクリル酸エステル類、スチレン、プタジエン、イソプレン、 ラクトン類、二酸化炭素、ラクタム類、及び、これらの誘導体に由来する重合単 位を挙げることができる。

本発明で用いるポリエーテルが、ブロック又はグラフト型コポリマーである場 合、重合単位(1)を含まず他の重合単位のみからなる連鎖部分は、アニオン重 - 合、カチオン重合、ラジカル重合、又は、縮合重合等、いかなる重合方法によっ て得られたものであってもよい。斯かる重合体連鎖の好ましい例としては、ポリ 「(メタ) アクリレート」、ポリスチレン、ポリプタジエン、ポリイソプレン、 非晶質ポリプロピレン、ポリアリルアミン、ポリエチレンイミン、エポキシ樹脂、 及び、それらの誘導体を挙げることができる。

上記ポリエーテルがコポリマーである場合、コポリマー中における重合単位(15 1) のモル分率は、0.1以上1.0未満であるのが好ましく、より好ましくは 0. 3以上1. 0未満であり、更に好ましくは0. 5以上1. 0未満である。

上記ポリエーテルの末端基としては特に限定されないが、合成法により末端基 を制御できる場合は、例えば、水素、ハロゲン、ヒドロキシル基、炭素数1~2 2のアルキル基又はアルコキシル基、アミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルア ミノ基、炭素数1~18のアミド基、炭素数1~18のアシル基、メチルエステ ル基、エチルエステル基、カルボキシル基等が好ましい。

マット・マート 上記がリエーテルの分子量としては、1000~20000000であるの マードギャー が好ましく、より好ましくは10000~1000000000であり、更に好ま しくは30000~50000000である。

> 本発明で用いられるポリエーテルは、例えば、WO99/42513に記載さ れている製法によって得ることができる。これらの各種ポリエーテルは、単独で 用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

上記ポリエーテルの含有量は、上記分散媒100重量部に対して、0.1~2

0 重量部であるのが好ましい。 0. 1 重量部未満であると、得られた磁気粘性流体に充分な分散安定性を付与できず、 2 0 重量部を超えると分散媒中に上記ポリエーテルが異物として存在し、磁気粘性流体の流動性を阻害する場合がある。

上記磁性粒子の配合量は、本発明の分散安定化磁気粘性流体全体に対して、1 0~90重量%であるのが好ましい。10重量%未満であると得られる磁気粘性 流体の磁場印加時の粘度上昇が小さく、90重量%を超えると、得られた磁気粘 性流体の流動性が低下することがある。より好ましくは50~80重量%である。 本発明の分散安定化磁気粘性流体は、上記ポリエーテルを分散剤として用い、

10 本発明において、磁性粒子を分散媒中に分散させる方法としては、例えば、予め上記ポリエーテルを溶解させた分散媒中に磁性粒子を混入後、ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、三本ロール等の分散機で混合してもよいし、予め上記ポリエーテルで表面を被覆した磁性粒子を分散媒中に加え、ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、三本ロール等の分散機で混合してもよい。

15 上記ポリエーテルを分散媒に溶解させる方法としては特に限定されず、例えば、 70℃に加熱した分散媒中に上記ポリエーテルを加え、1時間攪拌する方法等を 挙げることができる。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、必要に応じて、更に、上記ポリエーテル 以外の他の分散剤が添加されてもよい。

上記他の分散剤としては、例えば、パーフルオロエーテルカルボン酸塩、パーフルオロカルボン酸アミド、オレイン酸、ステアリン酸、パルミチン酸、ラウリン酸、リノール酸、リノレン酸、エルカ酸、ミリスチン酸等の脂肪酸;オレイン酸ナトリウム、メレイン酸カリウム、オレイン酸アンモニウム、ステアリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ラウリン酸カリウム、エルカ酸ナトリウム、ミリスチン酸カリウム、ベヘン酸ナトリウム等の脂肪酸塩;ポリオキシエチレンソルビタンエステル等のソルビタンエステル類;ジアルコキシスルホンこはく酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、アルコール硫酸エステル、アルキルベンゼンスルホン酸、リン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリンエス

テル、アミノアルコールエステル、シランカップリング剤、エチレンイミン、アミノシランカップリング剤等のアミノ基含有化合物;下記式(2)で表される化合物等を挙げることができる。

$$C_aH_{2a+1} - Y - SiR_{3-b}L_b$$
 (2)

式中、Yは(CH₂)_k 又はC₆ H₄ CH₂ CH₂ を表し、kは1~4の整数を表し、Rはメチル基、エチル基、プロピル基、プチル基等のアルキル基を表し、10 Lはハロゲン原子;ヒドロキシル基;メトキシル基、エトキシル基、プロポキシル基、プトキシル基等のアルコキシル基;ホルミル基、アセトキシル基、プロピオニルオキシル基、ブチリルオキシル基等のアシルオキシル基を表し、aは1~20の整数を表し、bは1~3の整数を表す。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、その上記粘性時性に重大な影響を与えな 15 い限りにおいて、更に、酸化防止剤、老化防止剤、その他の安定剤、防腐剤、粘 度調節剤、難燃剤、界面活性剤等の添加剤を併用してもよい。

発明を実施するための最良の形態

以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例 20 のみに限定されるものではない。

(実施例1~2)

表4に示した配合量で、予め70℃に加熱した分散媒(ジュクチルブタレー・ 又はポリプテン)に、下記式(3)で表されるポリエーテル(A)(Mn;36

25 万)を加え1時間攪拌して溶解した後に、更に、磁性粒子を混合した。次いで、 内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合物のうちの200mLを 分注し、更に、1/2インチスチールボール2000gを入れボールミル回転台 で100rpmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。Mnは、GPC 分析(測定温度130℃、溶媒o-ジクロロベンゼン)により行った数平均分子 Ç

量(ポリスチレン換算)である。測定は、ウォーターズ社製GPC150C型を 使用し、カラムは、昭和電工社製Shodex HT-806、Shodex HT-803 (×2本)を使用した。

5

$$-(-CH_2CHO-) n$$
 CH_2
 CH

· 10

15

(比較例1)

表1に示した配合量で、予め70℃に加熱したポリプテンに、ステアリン酸を加え1時間攪拌して溶解した後に、更に、磁性粒子を混合した。次いで、内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合物のうちの200mLを分注し、更に、1/2インチスチールボール2000gを入れボールミル回転台で100rpmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。

(比較例2)

表1に示した配合量で、ステアリン酸をトルエンに溶解させた所定量の溶液に
20 磁性粒子を浸した後、トルエンを揮発させ、次いで、ポリジメチルシロキサンと
予備混合した。次いで、内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合
物のうち200mLを分注し、更に、1/2インチスチールボール2000gを
入れボールミル回転台で1-00mmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。

25

得られた磁気粘性流体について、以下の項目についての評価を行った。結果を 表1に示した。

(1) 初期磁気粘性特性

作製直後の磁気粘性流体を、図1に示したシリンダー装置に充填し、0及び900ガウスの磁場、周波数1Hz、振幅10mmで振幅-荷重を測定した。図2に測定例を示した。

まず、磁場 0 時の荷重を読み取り、次いで、磁場 0 時の振幅ー荷重ループの面積に対する磁場 9 0 0 ガウス時の振幅ー荷重ループの面積の比より、磁場 0 時に対する磁場 9 0 0 ガウス時の損失エネルギーの増加率を算出した。なお、比較例 2 を除きいずれの磁気粘性流体も 3 サイクル目には損失エネルギーが一定値になったので、損失エネルギーの測定には 3 サイクル目の振幅ー荷重ループを用いた。比較例 2 の磁気粘性流体は、流動性に乏しく、磁場 0 時の荷重が測定限界以上であったので、磁気粘性特性を測定することができなかった。

(2) 磁気粘性特性の回復性

初期磁気粘性特性測定後の磁気粘性流体をシリンダー装置に充填したまま、25℃で3か月間静置した。その後室温下で24時間放置した後、磁場0時の振幅一荷重を測定し、上記(1)初期磁気粘性特性で測定した作製直後の損失エネルギー値に至るまでのサイクル数を測定した。その後、直ちに900ガウスの磁場を印加し、3サイクル目の損失エネルギーを測定し、損失エネルギー増加率を算出した。

20 (3)分散安定性(25℃)

メスシリンダーに作製直後の磁気粘性流体を25mL入れ、25℃で3か月間 静置し、3か月経過後の上澄み層の容量を測定した。

and the state of t

(4) 分散安定性(50℃)

25 メスシリンダーに作製直後の磁気粘性流体を25mL入れ、50℃で3か月間 静置し、3か月経過後の上澄み層の容量を測定した。 表1

			実施例		比較例	
			1	2	1	2
	磁性粒子		75	75	75	75
1	ポリエ―テル(A)		5	5	-	
組	ステアリン酸		4		5	5
成	ジオクチルフタレート		25	1	1	
	ポリブテン		Į i	25	25	
	ポリジメチルシロキサン		1	-	3	25
	初期磁気粘性特性		225	220	215	測定不可
評	回復性	サイクル数	5	3_	63	測定不可
価		損失エネルギー増加率	205	210	190	測定不可
""	分散安定性	25℃	6, 9	4, 3	13, 2	5. 8
		50℃	-	4. 7	_	9. 6

10

5

表1に記載の化合物は、それぞれ以下のとおりである。

磁性粒子; BASF社製、カルボニル鉄粉CM

ステアリン酸;和光純薬社製、試薬特級

ジオクチルフタレート;三建化工社製、粘度80cP(20℃)

15 ポリプテン;日本油脂社製、ポリビスON、粘度85cP(20℃) ポリジメチルシロキサン;日本ユニカー社製、L-45(10000)、粘度1 0000cp(25℃)

産業上の利用可能性

20 本発明は、上述の構成よりなるので、分散安定性及び磁気粘性特性の回復性に 優れ、また、温度等の環境変化に対しても安定な磁気粘性特性を保持することが でき、長期にわたり優れた磁気粘性特性を発現することができる分散安定化磁気 粘性流体を提供することができる。

請求の範囲

- 1. 磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、
- 5 前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルである

ことを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。

式中、 R^1 は水素原子又は炭素数 $1 \sim 2 \cdot 2$ の炭化水素基を表し、 R^2 は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数 $1 \sim 2 \cdot 2$ の炭化水素基、又は、- (AO) $m-R^3$ (R^3 は置換基を有していてもよい炭素数 $1 \sim 2 \cdot 2$ の炭化水素基を表し、Aは炭素数 $1 \sim 3$ のアルキレン基を表し、mは $1 \sim 5$ のを数を表し、mは同一であっても異なっていてもよい)を表す。

2. 分散媒は、炭化水素系油であることを特徴とする請求の範囲第1項記載の 20 分散安定化磁気粘性流体。

13 補正書の請求の範囲

[2001年12月25日 (25. 12. 01) 国際事務局受理: 出願当初の請求の範囲1は 補正された; 出願当初の請求の範囲2は取り下げられた; 新しい請求の範囲3,4が加えられた。 (2頁)]

- 1. (補正後)磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、
- 5 前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有し、かつ、分子量が1 0,000~100,000,000であるポリエーテルである ことを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。

式中、 R^1 は水素原子又は炭素数 $1\sim 22$ の炭化水素基を表し、 R^2 は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数 $1\sim 22$ の炭化水素基、又は、- (AO) $m-R^3$ (R^3 は置換基を有していてもよい炭素数 $1\sim 22$ の炭化水素基を表し、Aは炭素数 $1\sim 3$ のアルキレン基を表し、mは $1\sim 50$ の整数を表し、m個のAは同一であっても異なっていてもよい)を表す。

2. (削除)

20

10

3. (追加)磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性 流体であって、

前記分散剤は、下記一般式 (1) で表される重合単位を有するポリエーテルである

25 ことを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。

$$-(CH-CH-O)$$
 (1)

補正された用紙 (条約第19条)

式中、 R^1 は水素原子又は炭素数 $1\sim 2$ 2 の炭化水素基を表し、 R^2 はー(A O) $m-R^3$ (R^3 は置換基を有していてもよい炭素数 $1\sim 2$ 2 の炭化水素基を表し、Aは炭素数 $1\sim 3$ のアルキレン基を表し、mは $1\sim 5$ 0 の整数を表し、m5 個のAは同一であっても異なっていてもよい)を表す。

4. (追加)分散媒は、炭化水素系油であることを特徴とする請求の範囲第1 又は3項記載の分散安定化磁気粘性流体。

10

条約第19条(1)に基づく説明書

補正された請求の範囲第1項は、用いる分散剤が、一般式(1)で表される重合単位を有し、かつ、分子量が10,000~100,000,000であるポリオールに限定されたものである。ポリオールの分子量は明細書第6頁第24行に記載されており、本補正はこの記載に基づいて行われたものであり、出願時における国際出願の開示の範囲内のものである。

国際調査報告においては、カテゴリーXに分類される先行技術文献として、J P2-1424A、US4956113A及びJP6-135889Aの3報の 文献が引用されたが、いずれの引用文献にもこのような分子量を有するポリオー ルは記載されていない。

追加された請求の範囲第3項は、補正前の請求の範囲第1項において、ポリオールの置換基のうちR²がー(AO)m-R³であるものに限定されたものである。いずれの引用文献にもこのような置換基を有するポリオールは記載されていない。

追加された請求の範囲第4項は、補正前の請求の範囲第1項が補正後の請求の 範囲第1項及び第3項に減縮されたのにともない、補正前の請求の範囲第2項が 実質的に減縮されたものである。

従って、補正後の本願発明は上記の引用文献の存在を理由として新規性及び進 歩性を否定されないものである。

図1

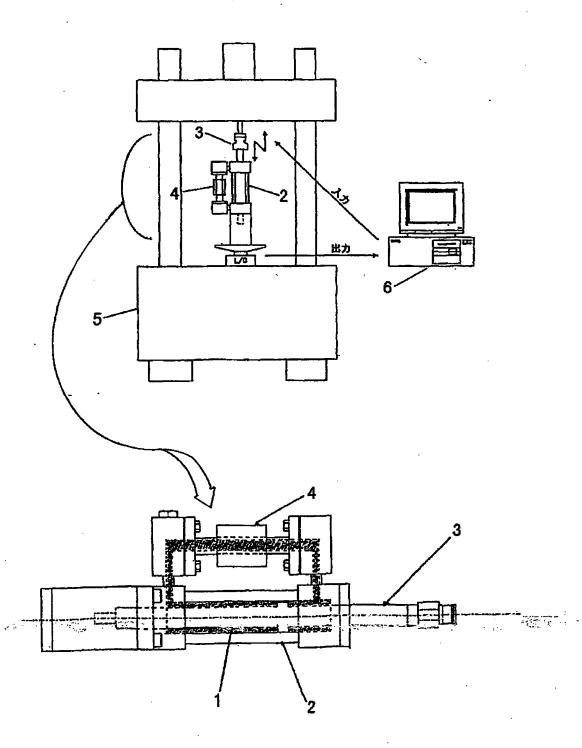
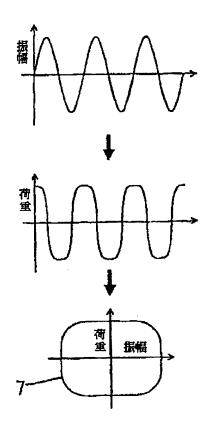
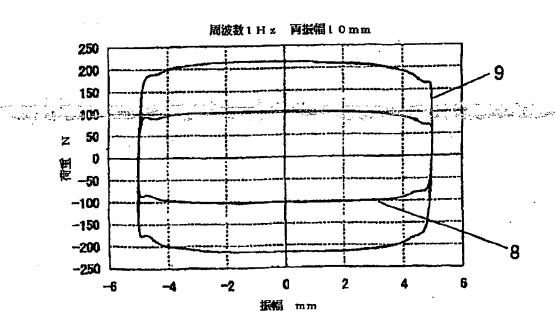


図 2





INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06574

A. CLASS Int.	A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C08L71/02, H01F1/28					
According to	o International Patent Classification (IPC) or to both n	ational classification an	ıd IPC			
B. FIELD	S SEARCHED					
Int.	ocumentation searched (classification system followed Cl ⁷ C08L71/00-71/14, C08G65/00	0-65/48, H01F1	L/28	•		
Jits	tion searched other than minimum documentation to the ruyo Shinan Koho 1926-1996	Jitsuyo Shir	nan Toroku K	oho 1996-2001		
Koka	i Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001			oho 1994-2001		
Electronic d WPI/	Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) WPI/L					
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where ap	ppropriate, of the releva	int passages	Relevant to claim No.		
х	JP 2-1424 A (SKF Nova AB), 05 January, 1990 (05.01.90), Claims; page 7, lower right copage 8, upper left column, line & EP 328498 A & SE 88003	e 17	to	1,2		
x	US 4956113 A (NOK Corporation), 11 September, 1990 (11.09.90), Claims & DE 3904757 A & JP 1-207131 A		1,2			
x	JP 6-135889 A (Tokuyama Soda Co., Ltd.), 17 May, 1994 (17.05.94), Claims; Par. No. [0052] (Family: none)			1		
A	JP 11-273930 A (NOK Corporation), 08 October, 1999 (08.10.99), Claims (Family: none)		1,2			
∇ Further	documents are listed in the continuation of Box C.	Cotout four!				
		See patent famil	<u> </u>			
*A" Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance earlier document but published on or after the international fining date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other		priority date and n understand the pri "X" document of partic considered novel o step when the document	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention. "document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered novel or cannot be considered novel or taken alone document of particular relevance; the claimed invention cannot be			
special i "O" docume	reason (as specified) nt referring to an oral disclosure, use, exhibition or other	considered to invo		when the document is		
			g obvious to a person or of the same patent fa			
Date of the a	ctual completion of the international search ctober, 2001 (22.10.01)	Date of mailing of the international search report 06 November, 2001 (06.11.01)				
Name and ma Japa:	ailing address of the ISA/ nese Patent Office	Authorized officer				
Facsimile No.		Telephone No.				

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06574

			P01/06574
	tion). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	- <u></u>	
Category* A	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevand JP 10-171381 A (Pilot Corporation), 26 June, 1998 (26.06.98), Claims & EP 847876 A & KR 98063806 A & US 6007734 A & TW 409103 A	nt passages	Relevant to claim No.
		•	
The second of	The state of the s	en fra Nggatis en dag	

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

国際調査報告 国際出願番号 PCT/JP01/06574 A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl 7 C08L71/02, H01F1/28 調査を行った分野 調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC)) C08L71/00-71/14, C08G65/00-65/48, H01F1/28最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2001年 日本国実用新案登録公報 1996-2001年 日本国登録実用新案公報 1994-2001年 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) WP I/L 関連すると認められる文献 引用文献の 関連する カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 請求の範囲の番号 JP 2-1424 A (エスコーエフ ノバ アクテイエボラー グ)5.1月.1990(05.01.90) \mathbf{X} 特許請求の範囲及び第7頁右下欄17行~第8頁左上欄第17行& 1, 2 EP 328498 A&SE 8800395 A US 4956113 A (NOK CORP) 11. 9月. 1990 (1 1. 09. 90) X 特許請求の範囲&DE 3904757 A&JP 1-2071 1, 2 31 A |x| C欄の続きにも文献が列挙されている。 · パテントファミリーに関する別紙を参照。 引用文献のカテゴリー の日の後に公表された文献 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって もの 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 以後に公安されたもの [Li] 優先権主張に疑惑を提起する文献又は他の文献の発行 の新規住又は進歩性がないと考えられるもの 「江」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す) 上の文献との、当業者にとって自用である組合せに 「〇」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 よって進歩性がないと考えられるもの 「P」国際出願目前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 「&」同一パテントファミリー文献 国際調査を完了した日 国際調査報告の発送日 06.11.01 22.10.01

特許庁審査官(権限のある職員) 国際調査機関の名称及びあて先 9543 日本国特許庁 (ISA/JP) 吉澤 英一 郵便番号100-8915 電話番号 03-3581-1101 内線 3493 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

C (続き).	関連すると認められる文献	· ·
引用文献の カテゴリー*	 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
x	JP 6-135889 A (徳山曹達株式会社) 17.5月.1 994 (17.05.94) 特許請求の範囲及び【0052】 (ファミリーなし)	1
A	JP 11-273930 A (エヌオーケー株式会社) 8.10月、1999 (08.10.99) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 10-171381 A (株式会社パイロット) 26.6 月.1998 (26.06.98) 特許請求の範囲&EP 847876 A&KR 9806380 6 A&US 6007734 A&TW 409103 A	1, 2
,		
there ship is	and the second of the second o	enter a service de la constante de la constant
•		
	•	